

# **Efecto de la composición de la atmósfera durante la sinterización de polvo de hierro pre-aleado con Cr-Mo y atomizado por agua**

realizado por

**Elena Bernardo Quejido**

**Master Thesis in Advanced Engineering Materials No.147/2009**

**Examensarbete No. 147/2009**

**Institutionen för Material-och tillverknings teknik**

**Chalmers tekniska högskola, Göteborg**

**ISSN 1652-8913**

**Department of Materials and Manufacturing Technology**

**Chalmers University of Technology, SE-412 96, Göteborg**

**Realizado en: Department of Materials and Manufacturing Technology**

**Chalmers University of Technology**

**SE-41296 Göteborg**

**Examinador: Professor Lars Nyborg**

**Department of Materials and Manufacturing Technology**

**Chalmers University of Technology**

**SE-41296 Göteborg**

**Supervisor: PhD Student, Dimitris Chasoglou**

**Department of Materials and Manufacturing Technology**

**Chalmers University of Technology**

**SE-41296 Göteborg**

## RESUMEN

---

En este estudio, polvo pre-aleado y atomizado por agua con la siguiente composición Fe- 1.5 wt.% Cr- 0.2 wt.% Mo es sinterizado y analizado posteriormente. El objetivo de este trabajo es evaluar el efecto que tiene la composición de la atmósfera protectora tanto en el desarrollo de los cuellos de sinterización como en los productos presentes sobre la superficie durante el proceso de sinterización.

La sinterización se lleva a cabo en dos atmósferas diferentes: N<sub>2</sub> puro y una mezcla de 90%N<sub>2</sub>-10%H<sub>2</sub>, así como en vacío. Las temperaturas de sinterización comprenden desde 700°C a 1120°C, con periodos de tiempo a temperatura constante (para cada temperatura) de 1 min y de 30 min para la última. Esta forma de proceder se repite para las tres condiciones de sinterización. A continuación, se realiza un test de impacto para producir superficies de fractura que serán examinadas en el microscopio electrónico de alta resolución SEM combinado con análisis de rayos X EDX.

A bajas temperaturas, la superficie de las partículas que comprenden el polvo está compuesta por una capa de óxido de hierro y pequeñas partículas (<0.5µm) ricas en elementos que forman óxidos estables como cromo, manganeso y silicio. Al analizar las superficies de fractura, la oxidación es evidente, y ésta disminuye al aumentar la temperatura de sinterización. El análisis de oxígeno realizado verifica estas observaciones. Además, un aumento de la temperatura de sinterización permite un mejor desarrollo de los cuellos de sinterización en los lugares en los que se produjeron contactos entre partículas durante la compresión. Sin embargo, es imprescindible una reducción previa de la capa de óxido presente en la superficie. Con respecto a la evolución de las inclusiones, se observan partículas mayores (hasta 1µm) y más irregulares dentro de los microhuecos de los cuellos a medida que aumenta la temperatura de sinterización.

Tras la sinterización, los principales métodos de fallo observados en todas las muestras son el clivaje y la fractura dúctil inter- y trans-granular iniciada por microhuecos (dimples). La pureza de la probeta mejora, pero se observan pequeñas inclusiones esféricas, que en muchas ocasiones se combinan para formar mayores aglomerados irregulares, en los huecos de los cuellos en las tres condiciones de sinterización analizadas.

En lo que se refiere al desarrollo de los cuellos de sinterización, se aprecian ventajas en la utilización de N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> y vacío como atmósfera de sinterización en este trabajo.

Este estudio ha sido llevado a cabo en el Departamento de Materiales y Tecnología de Fabricación de la universidad Chalmers University of Technology

(Göteborg, Suecia) desde Febrero hasta Junio 2009. El trabajo se ha realizado en cooperación con Höganäs AB (Suecia) y ha sido supervisado por Dimitris Chasoglou. El examinador del proyecto es Lars Nyborg.

Fecha de lectura: 12.06.2009

Calificación obtenida: MATRÍCULA DE HONOR

Cotutor en la UC3M: Jose Manuel Torralba

## ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS

---

Del análisis microestructural, se obtienen los siguientes resultados:

- La ferrita está presente en todas las condiciones de sinterización durante la etapa de calentamiento;
- La perlita se observa por primera vez a 800°C para todas las condiciones de sinterización, indicando que el carbono ha comenzado a disolverse. La atmósfera de N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> muestra la mayor fracción de perlita y la atmósfera de N<sub>2</sub> la menor, lo que significa que existe una reducción del óxido más eficiente para la primera condición. El análisis de carbono realizado no muestra pérdida de carbono para la probeta sinterizada en N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> debido al efecto del hidrógeno a bajas temperaturas;
- El vacío es la única condición que muestra pérdida de carbono a 800°C, lo que indica que las reacciones térmicas del carbono ya se producen a esta temperatura;
- La mejor disolución del carbono se observa cerca de los bordes de la muestra, y es especialmente pronunciada en el caso del N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> a 900°C. La reducción de la capa superficial de óxido es más eficaz en esta área debido a una mayor accesibilidad de la atmósfera en la zona exterior que en la interior. En consecuencia, se observa bainita cerca de los bordes;
- La microestructura bainítica aparece al sinterizar bajo una atmósfera de N<sub>2</sub> y N<sub>2</sub>H<sub>2</sub>; mientras que la microestructura perlítica/ferrítica aparece con sinterización en vacío debido a las diferentes velocidades de enfriamiento aplicadas;
- Las diferencias en las velocidades de enfriamiento así como en la disolución de carbono provocan una microestructura bainítica/ferrítica para la atmósfera N<sub>2</sub>, completamente bainítica para la N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> y perlítica/ferrítica fina para el vacío cerca de los bordes hasta 1000°C;
- Después de la sinterización durante 30 min a 1120°C, la microestructura es homogénea en toda la muestra y se compone de bainita y martensita, donde predomina la bainita. Este resultado coincide con la simulación realizada con el programa JMatPro. En el caso de la atmósfera de N<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, una mayor cantidad de martensita está presente debido a una mayor concentración de carbono a esta temperatura.

De la investigación fractográfica se obtienen las siguientes conclusiones:

- Oxidación de las muestras para todas las condiciones de sinterización hasta los 1000 °C;
- Se observa grafito en todos los casos hasta 1000°C;
- Un aumento de la temperatura permite un mayor desarrollo de las conexiones entre partículas según lo observado en el SEM. Este resultado también se deduce del test de impacto realizado, ya que para cada temperatura de sinterización mayor, se necesita una energía de impacto superior;
- La sinterización en vacío muestra los mayores niveles de energía de impacto mientras que para el N<sub>2</sub> permanece más bajo hasta el final del proceso. Esta diferencia se observa por encima de los 900°C y hasta 1120 °C-30min, debido a unas mejores conexiones entre partículas para el caso del vacío;
- El efecto del hidrógeno está presente en el caso de la atmósfera de N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> durante todo el experimento. El análisis microestructural y de SEM muestran una mejor disolución del carbono y mejores conexiones entre partículas en comparación con la atmósfera de N<sub>2</sub>;
- Los primeros puntos y pequeñas líneas que evidencian conexiones inter-granulares son observados a 700 °C en algunas áreas, especialmente en el caso de las muestras de N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> y vacío. Este resultado está en concordancia con el análisis microestructural, ya que para los dos casos se observa una reducción más eficiente;
- La fractura dúctil inter-granular iniciada por microhuecos, porosidad adyacente e inclusiones, es el principal micro-mecanismo de fallo para las muestras de todas las condiciones para 900 °C y 1000 °C ;
- Después de alcanzar la temperatura de sinterización de 1120 °C se observa clivaje en las muestras sinterizadas en N<sub>2</sub> and N<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, lo cual confirma la microestructura bainítica/martensítica observada en el análisis microestructural;
- El clivaje y la fractura dúctil inter- y trans-granular iniciada por microhuecos (dimples) son los micro-mecanismos de fallo observados para las muestras después de la sinterización, lo cual explica la parecida energía de impacto en los tres casos a 1120°C-30 min;
- El análisis de carbono al final de la sinterización muestra una menor pérdida de carbono en el caso del N<sub>2</sub>H<sub>2</sub> debido al efecto del hidrógeno a bajas temperaturas;

- La cantidad, tamaño, morfología y distribución de las inclusiones varía según la temperatura de sinterización y la atmósfera utilizada:
  - A 700 y 800°C: las partículas esféricas sobre la superficie del polvo (<0.5  $\mu\text{m}$ ) son similares a las observadas en estudios previos
  - Hasta 1000°C: una mayor cantidad de partículas encerradas que han aumentado de tamaño y de forma más irregular, son observadas en las conexiones entre partículas (hasta 1 $\mu\text{m}$  de tamaño, y mayores para el caso del vacío)
  - Un mayor calentamiento supone una completa reducción de la capa de óxido de hierro tal y como lo indica el análisis de oxígeno realizado. A partir de 1000°C, el contenido de oxígeno disminuye debido a reacciones de carbotérmicas
  - A 1120 °C las pequeñas partículas esféricas se agrupan para formar complejos aglomerados que alcanzan un tamaño de unos pocos  $\mu\text{m}$
  - Tras la sinterización la pureza de la muestra mejora, sin embargo pequeñas inclusiones esféricas y mayores aglomerados se observan dentro de los huecos
- SEM+EDX:
  - Las pequeñas partículas son ricas en cromo y manganeso en una proporción 2:1 incluso después de la sinterización
  - Al aumentar la temperatura y el tiempo de sinterización, se observa un enriquecimiento de Si en algunas inclusiones

Durante este estudio, se aprecian ventajas en la sinterización en atmósfera de  $\text{N}_2\text{H}_2$  con respecto a la pureza de la muestra y al desarrollo de las conexiones entre partículas. Se observa una reducción del óxido de hierro más rápida debido al efecto del hidrógeno a bajas temperaturas. En consecuencia, se produce una mejor disolución del carbono así como la formación de cuellos de sinterización a bajas temperaturas. Además, al final de la sinterización, el  $\text{N}_2\text{H}_2$  muestra la menor pérdida de carbono, lo que permite un control más estricto de la cantidad de carbono durante el proceso. Sin embargo, con el fin de verificar las ventajas de la sinterización el  $\text{N}_2\text{H}_2$ , es necesario realizar otros análisis y pruebas mecánicas.